日本国特許庁 JAPAN PATENT OFFICE

31.07.03 REC'D 1 9 SEP 2003 WIPO PCT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application:

2003年 7月10日

出 願 番 号 Application Number:

特願2003-195397

[ST. 10/C]:

[JP2003-195397]

出 願 人 Applicant(s):

TDK株式会社

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office 2003年 9月 5日



【書類名】

特許願

【整理番号】

99P05594

【提出日】

平成15年 7月10日

【あて先】

特許庁長官 殿

【国際特許分類】

H01F 1/34

【発明者】

【住所又は居所】

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 TDK株式会社

内

【氏名】

福地 英一郎

【発明者】

【住所又は居所】

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 TDK株式会社

内

【氏名】

高川 建弥

【発明者】

【住所又は居所】

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 TDK株式会社

内

【氏名】

村瀬 琢

【特許出願人】

【識別番号】

000003067

【氏名又は名称】

TDK株式会社

【その他】

平成15年 6月27日付けで名称変更届を提出してお

ります。

【代理人】

【識別番号】

100100077

【弁理士】

【氏名又は名称】

大場 充

【手数料の表示】

【予納台帳番号】

085823

【納付金額】

21,000円

ページ: 2/E

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1.

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】

明細書

【発明の名称】

フェライト材料

【特許請求の範囲】

【請求項1】 $Fe_2O_3: 62\sim 68mol\%$ 、 $ZnO: 12\sim 20mol\%$ 、 $LiO_{0.5}: 4mol\%$ 未満(但し、0を含まず)、残部実質的にMnOを主成分とする焼結体からなることを特徴とするフェライト材料。

【請求項2】 100℃における飽和磁束密度が490mT以上(測定磁界:1194A/m)であることを特徴とする請求項1に記載のフェライト材料。

【請求項3】 コア損失が最小値を示す温度であるボトム温度が60~13 0℃の範囲に存在することを特徴とする請求項1または2に記載のフェライト材料。

【請求項4】 前記焼結体中の $LiO_{0.5}$ 量が0.2~3mol%であることを特徴とする請求項1~3のいずれかに記載のフェライト材料。

【請求項5】 コア損失の最小値が $1200 \, kW/m^3$ 以下(測定条件: $100 \, kHz$ 、 $200 \, mT$)であることを特徴とする請求項 $1\sim 4$ のいずれかに記載のフェライト材料。

【請求項6】 第1副成分として、 $SieSiO_2$ 換算で250ppm以下 (但し、0を含まず) および $CaeCaCO_3$ 換算で2500ppm以下 (但し、0を含まず) を含むことを特徴とする請求項 $1\sim5$ のいずれかに記載のフェライト材料。

【請求項7】 前記 SiO_2 の含有量と前記 $CaCO_3$ の含有量との重量比(SiO_2 の含有量/ $CaCO_3$ の含有量)が $0.04\sim0.25$ であることを特徴とする請求項6に記載のフェライト材料。

【請求項8】 第2副成分として、 Nb_2O_5 : $400ppm以下(但し、0を含まず)、<math>ZrO_2$: $1000ppm以下(但し、0を含まず)、<math>Ta_2O_5$: $1000ppm以下(但し、0を含まず)、<math>In_2O_5$: $1000ppm以下(但し、0を含まず)、<math>Ga_2O_5$: 1000ppm以下(但し、0を含まず)の一種または二種以上を含むことを特徴とする請求項1~7のいずれかに記載のフェライト材料。

【請求項9】 第3副成分として、 $SnO_2:10000ppm以下(但し、0を含まず)および<math>TiO_2:10000ppm以下(但し、0を含まず)の$ 一種または二種を含むことを特徴とする請求項 $1\sim8$ のいずれかに記載のフェライト材料。

【請求項10】 第4副成分として、P換算でのPの化合物:35ppm以下(但し、0を含まず)、MoO3:1000ppm以下(但し、0を含まず)、V2O5:1000ppm以下(但し、0を含まず)、GeO2:1000ppm以下(但し、0を含まず)、Bi2O3:1000ppm以下(但し、0を含まず)、Sb2O3:3000ppm以下(但し、0を含まず)の一種または二種以上を含むことを特徴とする請求項1~9のいずれかに記載のフェライト材料。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】

本発明は、トランス、リアクタ、チョークコイル等の電子部品に好適に用いられるフェライト材料に関する。

[0002]

【従来の技術】

近年、電子機器の小型化、高出力化が進んでいる。それに伴い各種部品の高集 積化、高速処理化が進み、電力を供給する電源ラインの大電流化が要求されてい る。

また、高温下においても所定の性能を保つ電源ラインが要求されている。これは、電源ラインが、部品(例えばCPU)などからの発熱にさらされる場合があるためである。また、電源ラインは、自動車用電子回路のように使用環境温度の高い条件においても、所定の性能を保つ必要がある。

したがって、電源ラインに用いられるトランスやリアクタにも、高温下において大電流で使用できるものが求められる。

これらトランスやリアクタに使用される材料としては、軟磁性金属材料とフェライト材料がある。さらに、フェライト材料は、MnZn系フェライトとNi系フェライトに分類される。

軟磁性金属材料はフェライトに比べて飽和磁束密度が高いため、より大きな電流を流しても磁気飽和をおこさない。しかしながら、軟磁性金属材料は、一般的に損失が高い、値段が高い、比重が高い、防錆性に劣るといった問題がある。

一方、フェライトはコストパフォーマンスに優れ、数10kHzから数100kHzの周波数帯域において損失が低いという利点がある。また、Mn Zn 系フェライトは、Ni 系フェライトよりも飽和磁東密度が高い。このため、大電流用のトランスおよびチョークコイル(以下、両者を総称して、「トランス等」ということがある)には、Mn Zn 系フェライトが一般的に使用されている。しかしながら、近年、より高温度域、具体的には100℃近傍で使用される場合にも、高い飽和磁東密度を示すフェライト材料が求められている。上述のように、Mn Zn 系フェライトはNi 系フェライトよりも高い飽和磁東密度を示すものの、100℃近傍の高温域(以下、単に高温域という)では飽和磁東密度が不十分であった。

[0003]

そこで、高温域における飽和磁束密度を向上するための検討が種々行われている。その中で例えば、特開 2000-159523 号公報(特許文献 1)には、酸化鉄の含有量が $60\sim75$ m o 1 %、酸化亜鉛の含有量が $0\sim20$ m o 1 %(但し、0 を含まず)および残部が酸化マンガンからなり、100 ℃での飽和磁束密度が 450 m T以上であり、かつ 50 k H z、150 m T でのコア損失の最小値が 1500 k W/m 3以下であるフェライト焼結体が開示されている。

また、特公昭63-59241号公報(特許文献2)には、酸化マンガンの含有量が13~50mo1%、酸化亜鉛の含有量が0~20mo1%(但し、0を含まず)、酸化ニッケル、酸化マグネシウム、酸化リチウムのうち少なくとも一種を0~26mo1%、残部が酸化鉄45mo1%以上からなる基本組成を有する500G以上の磁界中にて高温下駆動されるフェライト磁心が開示されている

[0004]

【特許文献1】

特開2000-159523号公報(特許請求の範囲)

【特許文献2】

・特公昭63-59241号公報(特許請求の範囲)

[0005]

【発明が解決しようとする課題】

特開2000-159523号公報に開示されたフェライト焼結体は、MnZn系フェライトの鉄量を増加することにより、高温度域で高飽和磁束密度を実現しているが、より高い飽和磁束密度を示すフェライト材料が求められている。また、特開2000-159523号公報に開示された材料のうちで比較的損失が低い材料は、損失値が最小を示す温度(本明細書中でボトム温度という)が20℃近傍にある。この材料は、一般的なトランス、リアクタ用コアが使用される温度帯域である60~130℃において、損失の温度依存性が正の傾きになり、自己発熱による熱暴走の危険性を含んでいる。

[0006]

前述した特公昭63-59241号公報に開示されたフェライト磁心は、150 C以上の温度域での低損失化を図っているが、飽和磁東密度に関する考慮はなされていない。また、ボトム温度が150 C以上であるため一般的なトランス等が使用される温度帯域($60\sim130$ C)では、損失、初透磁率の劣化を招く。本発明は、このような技術的課題に基づいてなされたもので、一般的なトランス等が使用される温度帯域における飽和磁東密度が高く、かつ損失が低いフェラ

[0007]

イト材料の提供を課題とする。

【課題を解決するための手段】

本発明者は、上記課題を解決するために種々様々な検討を行った。その結果、フェライト材料を構成する成分として、所定量のLiを含有させることにより、高温域における飽和磁束密度が向上することを知見した。すなわち、本発明は、 $Fe_2O_3: 62\sim 68mol\%$ 、 $ZnO: 12\sim 20mol\%$ 、 $LiO_{0.5}: 4mol\%$ 未満(但し、0を含まず)、残部実質的にMnOを主成分とする焼結体からなることを特徴とするフェライト材料を提供する。本発明者の検討によると、Liを含有させることで、室温における飽和磁束密度は低下する。ところが、

驚くべきことに、本発明が推奨する範囲内でのLiの含有は、高温域における飽 和磁束密度を向上させるのである。なお、Li酸化物は、Li2〇と表記される が、Li換算にて組成を計算するために、本発明ではLi酸化物を「LiO0.5 」と表記する。

本発明のフェライト材料は、100℃における飽和磁束密度が490mT以上 (測定磁界:1194A/m)であるという優れた特性を備えることができる。 また、本発明のフェライト材料は、コア損失が最小値を示す温度であるボトム 温度が60~130℃の範囲に存在する。つまり、本発明のフェライト材料は、 一般的なトランス等が使用される温度帯域にボトム温度を設定することができる

[0008]

本発明のフェライト材料において、焼結体中のLiO0.5量が0.2~3mo 1%であることが望ましい。 $LiO_{0.5}$ 量を0.2~3mol%の範囲とするこ とで、高温域における飽和磁束密度をより一層向上させることができる。

また、本発明のフェライト材料は、コア損失の最小値が $1200kW/m^3$ 以 下(測定条件:100kHz、200mT)という特性を備えることができる。 つまり、LiO_{0.5}を4mol%未満で含有することを特徴とする本発明のフェ ライト材料によれば、高温域における高飽和磁束密度という特性と、低損失とい う特性を兼備することができる。

[0009]

本発明のフェライト材料において、第1副成分として、SiをSiО2換算で 250ppm以下(但し、0を含まず) およびCaをCaCO₃換算で2500 ppm以下(但し、0を含まず)を含むことが望ましい。ここで、第1副成分と して、SiおよびCaを含有させる場合には、Si、CaをそれぞれSiO2換 算、CaCO3換算でSiO2/CaCO3(重量比)が0.04~0.25にな るように設定することが有効である。

[0010]

上述した本発明のフェライト材料において、さらに、第2副成分として、Nb 2O5:400ppm以下(但し、0を含まず)、ZrO2:1000ppm以下

(但し、0を含まず)、 $Ta_2O_5:1000ppm以下(但し、<math>0$ を含まず)、 $In_2O_5:1000ppm以下(但し、<math>0$ を含まず)、 $Ga_2O_5:1000ppm以下(但し、<math>0$ を含まず)の一種または二種以上を含むことが望ましい。

さらにまた、第3副成分として、 $SnO_2:10000ppm以下(但し、0を含まず)および<math>TiO_2:10000ppm以下(但し、0を含まず)の一種または二種を含むことができる。$

[0011]

ところで、フェライト材料において高い飽和磁東密度を得るためには、主組成中のFe量を増加させることが有効である。その一方で、Fe量の増加に伴い、焼結が進みにくくなるため、Fe-rich組成を選択した場合には、焼成温度を上昇させる必要がある。ところが、焼成温度を上昇させると、Zn成分が蒸発してしまい、コア損失が大きくなってしまう。さらに、焼成温度を上昇させることは、使用エネルギーの増大、使用炉材のコスト上昇等を招き、工業的にデメリットとなりうる。こうしたデメリットを排除しつつ、高温域における飽和磁東密度が高く、かつ低損失のフェライト材料を得るため、本発明者は様々な検討を行った。その結果、以下に述べる第4副成分が、低温焼成に有効に寄与することを知見した。

すなわち、本発明のMn Zn Li 系フェライト材料において、第4副成分として、P換算でのPの化合物:35 p p m以下(但し、0を含まず)、Mo O3: 1000 p p m以下(但し、0を含まず)、 V_2O_5 : 1000 p p m以下(但し、0を含まず)、Bi $2O_3$: 1000 p p m以下(但し、0を含まず)、0 を含まず)、0 を含まず)、0 を含まず)、0 を含まず)、0 を含まず)、0 を含まず)、0 を含まず)、0 を含まず)、0 を含まず)、0 を含まず)。0 の p p m以下(但し、0 を含まず)の一種または二種以上を含むことが望ましい。これらの第4副成分を含有させることで、0 2 5 0 0 C以下、さらには 0 3 0 0 C近傍という比較的低温での焼成が可能となる。詳しくは後述するが、第4副成分を本発明が推奨する範囲で含有させることによって、0 3 5 0 0 C以下で焼成した場合にも、高温域における飽和磁束密度が高く、かつ低損失のフェライト材料を得ることが可能となる。

[0012]

【発明の実施の形態】

はじめに、本発明における成分の限定理由を説明する。 Fe_2O_3 の量を増加すると高温域における飽和磁東密度が向上する一方、コア損失が劣化する傾向にある。 Fe_2O_3 が62 mo_1 %より少ないと高温域における飽和磁東密度が低下する。一方、 Fe_2O_3 が68 mo_1 %を超えるとコア損失の増大が顕著となる。したがって、本発明では Fe_2O_3 を62~68 mo_1 %とする。この範囲では、 Fe_2O_3 量の増加に伴ってボトム温度は高温側へシフトするが、 Fe_2O_3 量が62~68 mo_1 %の範囲内にある場合には、ボトム温度を60~130℃の範囲に設定することができる。望ましい Fe_2O_3 の量は63~67 mo_1 %、さらに望ましい Fe_2O_3 の量は63~66 mo_1 %である。

[0013]

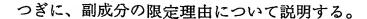
ZnOの量も飽和磁束密度およびコア損失に影響を与える。ZnOが12mo 1%より少ないと飽和磁束密度が低下するとともに、損失が大きくなる。また、ZnOが20mo 1%を超えても飽和磁束密度が低下するとともに、損失が大きくなる。したがって本発明ではZnOを12~20mo 1%とする。ZnO量の増加に伴ってボトム温度は高温側へシフトするが、ZnO量が12~20mo 1%の範囲内にある場合には、ボトム温度を60~130℃の範囲に設定することができる。望ましいZnOの量は13~19mo 1%、さらに望ましいZnOの量は14~18mo 1%である。

[0014]

LiO_{0.5}は、100℃における飽和磁束密度を向上させるのに有効である。但し、4 mol%以上を超えて含有させると、損失が大きくなるとともに、100℃における飽和磁束密度が添加前と同等以下のレベルまで低下してしまう。したがって本発明では、 $LiO_{0.5}$ の量を4 mol%未満とする。望ましい $LiO_{0.5}$ の量は $0.2\sim3.5$ mol%、さらに望ましい $LiO_{0.5}$ の量は $0.5\sim3$ mol%である。

本発明のフェライト材料は主成分として、上記以外に実質的な残部としてMn Oを含む。

[0015]



本発明のフェライト材料は、第1副成分としてSiをSiO2換算で250ppm以下(但し、0を含まず)およびCaをCaCO3換算で2500ppm以下(但し、0を含まず)の範囲内で含むことができる。SiおよびCaは、結晶粒界に偏析して高抵抗層を形成して低損失に寄与するとともに焼結助剤として焼結密度を向上する効果を有する。SiがSiO2換算で250ppmを超え、あるいはCaがCaCO3換算で2500pmを超えると、不連続異常粒成長による損失の劣化が大きい。そこで本発明では、SiをSiO2換算で250ppm以下、CaをCaCO3換算で2500ppm以下とする。一方、SiがSiO2換算で80ppm未満では上記効果を十分に得ることができないため、SiはSiO2換算で800pm以上、CaはCaCO3換算で800ppm以上、CaはCaCO3換算で800pm、より望ましい。さらに望ましいSiおよびCaの含有量はSiはSiO2換算で80~200ppm、CaはCaCO3換算で1000~1800pm、CaはCaCO3換算で100~150ppm、CaはCaCO3換算で120~1700pmである。

低損失に寄与し、かつ焼結助剤として焼結密度を向上する効果を有するとともに、所定量のSiおよびCaの含有は、高温域における飽和磁束密度の向上にも有効に寄与する。

[0016]

また、Si とCa を複合添加する場合には、Si、Ca をそれぞれSi O_2 換算、Ca CO_3 換算でSi O_2 / Ca CO_3 (重量比)が $0.04\sim0.25$ 、より望ましくは $0.05\sim0.2$ の範囲になるように設定することが有効である。

[0017]

本発明は第2副成分として、 Nb_2O_5 : 400ppm以下(但し、0を含まず)、 ZrO_2 : 1000ppm以下(但し、0を含まず)、 Ta_2O_5 : 1000ppm以下(但し、0を含まず)、 In_2O_5 : 1000ppm以下(但し、0を含まず)、 Ga_2O_5 : 1000ppm以下(但し、0を含まず)の一種または二種以上を含むことができる。これらの第2副成分を含有することによって、飽和

磁束密度の向上および/または損失低減という効果を得ることができる。その効果を十分に享受するためには、 Nb_2O_5 , ZrO_2 , Ta_2O_5 , In_2O_5 , Ga_2O_5 は $Solida O_5$ は $Solida O_5$ 0 O_5 1 O_5 2 O_5 2 O_5 3 O_5 3 O_7 4 O_7 5 O_7 6 O_7 7 O_7 7 O_7 7 O_7 7 O_7 7 O_7 8 O_7 9 $O_$

[0018]

本発明は第3副成分として、 SnO_2 : 10000ppm以下(但し、0を含まず)および TiO_2 : 10000ppm以下(但し、0を含まず)の一種または二種を含むことができる。 SnO_2 および TiO_2 は、結晶粒内、結晶粒界に存在し損失低減の効果がある。10000ppmを超えると、不連続異常粒成長による損失の劣化や飽和磁束密度の低下を招く。そのために本発明では、 SnO_2 および TiO_2 の上限値を各々1000ppmとする。一方、以上の効果を十分享受するためには、第3副成分を500ppm以上含有させることが望ましい。さらに望ましい SnO_2 および TiO_2 の量は $1000\sim800ppm$ 、より望ましい SnO_2 および TiO_2 の含有量は $1000\sim800ppm$ 、より望ましい SnO_2 および TiO_2 の含有量は $1000\sim7000ppm$ である。なお、第3副成分を複合して添加する場合、添加量の合計は1000ppm以下とすることが望ましい。

[0019]

本発明は第4副成分として、P換算でのPの化合物:35ppm以下(但し、0を含まず)、 $MoO_3:1000ppm以下$ (但し、0を含まず)、 $V_2O_5:1000ppm以下$ (但し、0を含まず)、 $GeO_2:1000ppm以下$ (但し、0を含まず)、 $Sb2O_3:3000ppm以下$ (但し、0を含まず)の一種または二種以上を含むことができる。第4副成分は、焼結助剤として焼結密度を向上させる効果を有するとともに、低温焼成に寄与する。具体的には、第4副成分を本発明が推奨する範囲内で含めることにより、1340 C以下、さらには約1300 Cという比較的低温で焼成を行った場合にも、95 以上の相対密度、480 m T以上の飽和磁束密度(測定磁界:1194 A/m)、かつコア損失の最小値を1200 k W/

ページ: 10/

 m^3 以下(測定条件:100kHz、200mT)とすることが可能となる。その効果を十分に享受するためには、 MoO_3 , V_2O_5 , GeO_2 , Bi_2O_3 , Sb_2O_3 は50ppm以上、P換算でのPの化合物は5ppm以上含有されることが望ましい。

[0020]

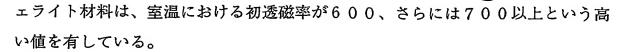
より望ましい含有量は、 MoO_3 , V_2O_5 については700ppm以下、 GeO_2 , Bi_2O_3 については600ppm以下である。 MoO_3 , V_2O_5 のさらに望ましい含有量は $100\sim600ppm$ 、 GeO_2 , Bi_2O_3 のさらに望ましい含有量は $100\sim600ppm$ である。また、P換算でのPの化合物の望ましい含有量は25ppm以下、さらに望ましい含有量は $5\sim20ppm$ である。 Sb_2O_3 についての望ましい含有量は2500ppm以下、さらに望ましい含有量は $200\sim200ppm$ である。 Sh_4 副成分を複合して添加する場合、添加量の合計は2500ppm以下とすることが望ましい。

[0021]

本発明のフェライト材料は、上述した組成を適宜選択することにより、100℃における飽和磁束密度を480mT以上(測定磁界:1194A/m)、かつコア損失が最小値を示す温度であるボトム温度を60~130℃の範囲に存在させることができる。さらに、100℃における飽和磁束密度を490mT以上(測定磁界:1194A/m)、かつコア損失の最小値を1200kW/m³以下(測定条件:100kHz、200mT)とすることができる。特に、望ましい組成を選択することにより、100℃における飽和磁束密度を490mT以上(測定磁界:1194A/m)、コア損失の最小値を1100kW/m³以下(測定磁界:1194A/m)、コア損失の最小値を1100kW/m³以下(測定条件:100kHz、200mT)という従来では得ることのできなかった特性を得ることができる。

[0022]

本発明のフェライト材料は、以上の特性に加えて、ボトム温度を60~130 ℃、さらには70~120℃、望ましくは80~120℃の範囲に設定することができる。したがって、本発明のフェライト材料を用いたフェライト部品は、その実用的な使用温度帯域にボトム温度が存在することになる。しかも本発明のフ



[0023]

次に、本発明によるフェライト材料にとって好適な製造方法を説明する。

主成分の原料としては、酸化物または加熱により酸化物となる化合物の粉末を用いる。具体的には、 Fe_2O_3 粉末、 Mn_3O_4 粉末、ZnO粉末および Li_2CO_3 粉末等を用いることができる。各原料粉末の平均粒径は $0.1\sim3.0$ μ m の範囲で適宜選択すればよい。

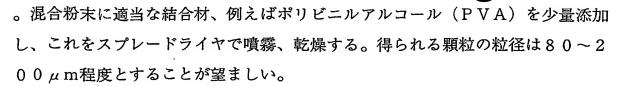
主成分の原料粉末を湿式混合した後、仮焼きを行う。仮焼きの温度は800~1000℃の範囲内での所定温度で、また雰囲気は N_2 または大気とすればよい。仮焼きの安定時間は $0.5\sim5.0$ 時間の範囲で適宜選択すればよい。仮焼き後、仮焼き体を例えば、平均粒径 $0.5\sim2.0$ μ m程度まで粉砕する。なお、本発明では、上述の主成分の原料に限らず、2種以上の金属を含む複合酸化物の粉末を主成分の原料としてもよい。例えば、塩化鉄、塩化マンガンを含有する水溶液を酸化培焼することによりFe、Mnを含む複合酸化物の粉末が得られる。この粉末とZnO粉末を混合して主成分原料としてもよい。このような場合には、仮焼きは不要である。

[0024]

同様に副成分の原料として、酸化物または加熱により酸化物となる化合物の粉末を用いることもできる。具体的には、 SiO_2 、 $CaCO_3$ 、 Nb_2O_5 、 ZrO_2 、 Ta_2O_5 、 In_2O_5 、 Ga_2O_5 、 SnO_2 、 TiO_2 、 MoO_3 、 V_2O_5 、 GeO_2 、 Bi_2O_3 、 Sb_2O_3 等を用いることができる。また、第4副成分としてP化合物を選択する場合には、加熱によりP化合物が得られる粉末、例えば($Ca(PO_4)$ 2)等を用いることができる。これら副成分の原料粉末は、仮焼き後に粉砕された主成分の粉末と混合される。但し、主成分の原料粉末と混合した後に、主成分とともに仮焼きに供することもできる。

[0025]

主成分および副成分からなる混合粉末は、後の成形工程を円滑に実行するために顆粒に造粒される。造粒は例えばスプレードライヤを用いて行うことができる



[0026]

得られた顆粒は、例えば所定形状の金型を有するプレスを用いて所望の形状に 成形され、この成形体は焼成工程に供される。

焼成工程においては、焼成温度と焼成雰囲気を制御する必要がある。

焼成温度は $1250\sim1450$ $\mathbb C$ の範囲から適宜選択することができるが、本発明のフェライト材料の効果を十分引き出すには、 $1300\sim1400$ $\mathbb C$ の範囲で焼成することが望ましい。

[0027]

本発明によるフェライト材料は、93%以上、さらに望ましくは95%以上の 相対密度を得ることができる。

本発明によるフェライト材料は、平均結晶粒径は $5\sim30\mu$ mの範囲とすることが望ましい。結晶粒径が小さいとヒステリシス損失が大きくなり、一方結晶粒径が大きいと渦電流損失が大きくなるからである。望ましい平均結晶粒径は $8\sim25$ 、より望ましい平均結晶粒径は $10\sim20\mu$ mである。

[0028]

【実施例】

以下、本発明を具体的な実施例に基づいて説明する。

(第1実施例)

表1に示す組成を有するフェライトコアを作製した。

主成分の原料には、 Fe_2O_3 粉末、MnO粉末、ZnO粉末および Li_2CO_3 粉末を用い、これらを湿式混合した後、900で2時間仮焼した。

次いで、主成分の原料の仮焼物と副成分の原料とを混合した。副成分の原料には、 SiO_2 粉末、 $CaCO_3$ 粉末、 Nb_2O_5 粉末を用いた。主成分原料の仮焼物に副成分の原料を添加して、粉砕しながら混合した。粉砕は、仮焼物の平均粒径が約 1.5μ mとなるまで行った。得られた混合物にバインダを加え、顆粒化した後、成形してトロイダル形状の成形体を得た。

[0029]

得られた成形体を酸素分圧制御下において、温度1350℃(安定部5時間、 安定部酸素分圧1%)で焼成することにより、フェライトコアを得た。

また、このフェライトコアを用いて、室温および100 \mathbb{C} における飽和磁束密度(Bs, 測定磁界:1194A/m)、コア損失の最小値(Pcv, 測定条件:100kHz、200mT)、ボトム温度(B.Temp.)、初透磁率(μ i , 測定温度:25 \mathbb{C} 、測定周波数 100kHz)を測定した。その結果を表 1 に併せて示す。また、 $LiO_{0.5}$ 量と 100 \mathbb{C} における飽和磁束密度との関係を図 1 に示す。

[0030]



計 記 NO	Fe_2O_3	MnO	ZnO	LiO _{0.5}	Bs	(mT)			Pcv ((kW/m^3)			B.Temp.	μi
Beerland.	(mol%)	(mol%)	(‰low)	(mol%)	RT	100°C	25°C	40°C	၁့09	30°C	100°C	120°C	(၁ွ)	
比較例1	64.0	20.0	16.0	ı	592	487	786	654	893	1070	1191	1252	40	1964
	64.0	19.0	16.0	1.0	591	501	1733		883	861	945	1053	80	186
2	64.0	18.0	16.0	2.0	579	201	2182	1883	1506	1112	1006	1009	100	737
比較例2	64.0	16.0	16.0	4.0	545	487	2910		2425	2162	2033	1866	120	481

焼成:1350℃、酸素分圧1%

Bs: 飽和磁束密度(100°C)

RT:整温

Pcv :コア損失(100kHz、200mT)

B.Temp. :ポトム温度 μi :初透磁率(25°C) * SiO₂の含有量とCaCO₃の含有量との重量比=0.07 副成分 *1:SiO₂:100ppm CaCO₃:1500ppm Nb₂O₅:200ppm

[0031]

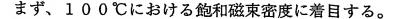


表 1 および図 1 に示すように、L i $O_{0.5}$ 量(以下、単に「L i \mathbb{H} 」という場合がある)が増加するにつれて、1 0 0 \mathbb{H} における飽和磁束密度が徐々に向上し、L i \mathbb{H} \mathbb

以上の結果から、L i $O_{0.5}$ 量を4 m o 1 %未満の範囲内で含有させることで、1 0 0 $\mathbb C$ における飽和磁束密度を4 9 0 m $\mathbb T$ 以上、さらには5 0 0 m $\mathbb T$ 以上とすることができることが確認された。望ましいL i $O_{0.5}$ 量は0. $2 \sim 3$. 5 m o 1 %、さらに望ましいL i $O_{0.5}$ 量は0. $5 \sim 3$ m o 1 %である。

[0032]

ここで、表1には、100℃における飽和磁束密度とともに、室温における飽 和磁束密度も示している。

表1に示すように、室温では、Li含有なしの場合が最も高い飽和磁東密度を示し、Li量が増加するにつれて飽和磁東密度が徐々に低下する。つまり、Liの含有に伴う、室温における飽和磁東密度の変動は、上述した100℃における場合と異なる傾向を示す。

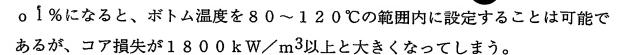
室温における飽和磁束密度と、100℃における飽和磁束密度の比較から、所 定量のLi含有による飽和磁束密度の向上という効果は、高温域で得られる特異 な効果であることが確認された。

[0033]

次に、表1のコア損失の最小値(Pcv)およびボトム温度(B.Temp.)に着目する。

表 1 に示すように、L i の含有により、ボトム温度が高温側にシフトする。そして、L i を所定量含有する本発明によるフェライト材料によれば、ボトム温度を $80\sim120$ \mathbb{C} の範囲内に設定することができること、その温度範囲におけるコア損失の最小値を1200 kW/m 3 以下にすることができることが確認された。

Liを含有しない場合には、ボトム温度が40℃と低い。一方、Li量が4m



[0034]

表 1 の 初透磁率 (μ i) に着目すると、本発明による試料 N o. 1 、 2 は、 7 0 0 以上という高い初透磁率を得ていることがわかる。

[0035]

以上の結果から、フェライト焼結体に $LiO_{0.5}$ を4mo1%未満の範囲内で含有させることで、100 における飽和磁束密度を向上させることができることがわかった。また、所定量のLiの含有は、ボトム温度を $80\sim120$ Cの範囲内に設定すること、およびこの温度範囲におけるコア損失の最小値を1200 kW/m3以下とする上でも有効であることがわかった。

[0036]

(第2実施例)

第1実施例と同様の工程により、表2に示す組成を有するフェライトコアを作製するとともに、実施例1と同様に特性等を測定した。その結果を表2に併せて示す。

また、表 2 中、従来例 $1 \sim 4$ は、特開 2 0 0 0 -1 5 9 5 2 3 号公報に開示されたM n Z n 系フェライト材料の特性等を示している。

[0037]

【表2】

焼成温度	(၁ွ)					1350					7	0081	1300	1250
7节间	用外入刀		1147 SiO ₂ :100ppm	737 CaCO ₃ :1500ppm	713 Nb ₂ O ₅ :200ppm		* SiO ₂ の含有量とCaCO ₃ の含有 a Lon 新島ルー007	<u> </u>			SiO ₂ :60ppm, CaCO ₃ :700ppm,	Nb ₂ O ₅ :250ppm、Ta ₂ O5:50ppm	SiO ₂ :100ppm, CaCO ₃ :700ppm,	Та ₂ О ₅ :300ррт
iμ		792	1147	737	713	370	559	789	813	521	220	1300	250	490
B.Temp.	(°C)	09	80	100	100	100	80	100	100	140	140	20	140	100
Pcv	(kW/m ³)	1538	678	1006	1052	3111	1355	1108	842	1090	3207	1431	2618	1846
Bs	(mT)	457	487	501	202	466	479	515	495	475	470	456	468	503
LiO _{0.5}	(mol%)	2.5	2.0	2.0	0.5	0.5	1.0	2.0	0.	0.5	ı	1	i	ı
ZnO	(mol%)	15.0	18.0	16.0	14.0	15.0	11.0	14.0	18.0	21.0	15.0	15.0	20.0	20.0
MnO	(mol%)	22.5	18.0	18.0	18.5	14.5	21.0	19.0	17.0	13.5	15.0	25.0	10.0	10.0
Fe_2O_3	(mol%)	60.0	62.0	64.0	67.0	70.0	67.0	65.0	64.0	65.0	70.0	0.09	70.0	70.0
STATE OF THE STATE	BARATIAO.	比較例3	က	2	4	比較例4	比較例5	വ	9	比較例6	從来例1	従来例2	従来例3	従来例4

Bs : 飽和磁東密度(100°C) Pcv :ボトム温度におけるコア損失(100kHz、200mT)

ui:初透磁率(25°C)

B.Temp.: 术トム温度

[0038]

表2に示すように、本発明によるフェライト材料は、いずれもボトム温度を80~120℃の範囲内に設定することが可能であるとともに、従来例1~3よりも高い480mT以上の飽和磁束密度を有している。その上、本発明によるフェライト材料は、コア損失が1200kW/m³以下となっており、従来例対比、コア損失が相当程度低減されていることがわかる。

従来例 4 は 5 0 3 m T という高い飽和磁東密度を得ているものの、コア損失が 1 8 0 0 k W / m 3 以上と大きく、また初透磁率も 5 0 0 未満の値を示す。これ に対し、本発明によるフェライト材料によれば、 4 8 0 m T 以上の飽和磁東密度 および 1 2 0 0 k W / m 3 以下のコア損失、 6 0 0 以上の初透磁率を兼備することが可能である。

[0039]

比較例 3 , 試料 N o . 3 , 試料 N o . 2 , 試料 N o . 4 および比較例 4 は、この順に Fe_2O_3 が増加している。その中で、 Fe_2O_3 が6 0 . 0 m o 1%と本発明の範囲より少ない場合、および 7 0 . 0 m o 1%と本発明の範囲より多い場合に飽和磁束密度が低くかつコア損失が大きいことがわかる。

以上の結果より、ボトム温度を $80\sim120$ $\mathbb C$ の範囲内に設定しつつ、高飽和磁束密度および低コア損失という効果を享受するためには、 $\mathrm{Fe}_2\mathrm{O}_3$ を $62\sim6$ $8\,\mathrm{mo}\,1\,\%$ の範囲、 $\mathrm{Zn}\,\mathrm{O}$ を $12\sim20\,\mathrm{mo}\,1\,\%$ の範囲に設定することが重要であることが確認された。また、初透磁率(μ i)についても、本発明による試料はいずれも700 以上という高い値を示す。

[0040]

(第3実施例)

第1実施例と同様の工程により、表3に示す組成を有するフェライトコアを作製するとともに、第1実施例と同様に特性等を測定した。その結果を表3に併せ

ページ: 19/

て示す。

[0041]

【表3】

	第1副	削成分	SiO₂の含有量と				
試料No.	SiO₂ (ppm)	CaCO ₃ (ppm)	CaCO ₃ の含有量 との重量比	Bs (mT)	Pcv (kW/m³)	B.Temp.	μi
7	100	1500	0.07	501	861	80	987
8	200	1500	0.13	507	934	80	887
9	150	2000	0.08	498	966	80	914

焼成:1350℃、酸素分圧1%

Bs :飽和磁束密度(100℃)

Pcv :ボトム温度におけるコア損失(100kHz、200mT)

μi:初透磁率(25℃)

主成分:Fe₂O₃:64 mol%

B.Temp.:ボトム温度

ZnO:16 mol%

MnO: 19 mol%

LiO₀₅: 1 mol%

副成分: Nb₂O₅:200ppm

[0042]

表3から、第1副成分としてのSiおよびCaの添加量の変動に伴い、飽和磁 東密度、コア損失および初透磁率が変動することがわかる。

試料No. 7,8は、Sioの添加量が異なる点を除けば、7xライト焼結体における組成は等しい。ところが、SiO2換算でSie200ppm含有する試料No. 7の方が、SiO2換算でSie100ppm含有する試料No. 8よりも高い飽和磁束密度を示す。この結果から、Siは、飽和磁束密度を向上させる上で有効な添加物であるといえる。

また、試料No.7と試料No.9の特性を比較すると、SiおよびCaの添加量がいずれも試料No.9よりも少ない試料No.7の方が、高い飽和磁束密度および低いコア損失を示すことから、SiおよびCaを複合添加する場合にも適切な添加量があると推察される。

[0043]

(第4実施例)

第1実施例と同様の工程により、表4に示す組成を有するフェライトコアを作製するとともに、第1実施例と同様に特性等を測定した。その結果を表4に併せ

て示す。

[0044]

【表4】

試料No.	副成分	添加量 (ppm)	Bs (mT)	Pcv (kW/m³)	B.Temp. (°C)	μi	備考
10	Nb₂O ₅	200	501	861	80	987	
11	ZrO ₂		499	850	80	1041	
12	Ta₂O₅	500	500	865	80	1077	第2副成分
13	In ₂ O ₅	300	495	1117	80	1008	
14	Ga ₂ O ₅		492	1092	80	985	
15	SnO ₂	1000	489	1099	80	927	
16	TiO ₂	3000	485	1048	80	806	第3副成分
17	GeO ₂	200	492	886	80	997	
18	V ₂ O ₅	· 500	510	1065	80	712	第4副成分

焼成:1350℃、酸素分圧1%

Bs :飽和磁束密度(100℃)

Pcv :ボトム温度におけるコア損失(100kHz、200mT)

B.Temp.:ボトム温度

μi:初透磁率(25℃)

他成分:Fe₂O₃:64 mol%

MnO:19 mol%

ZnO:16 mol%

LiO_{0.5}: 1 mol%

SiO₂: 100 ppm

CaCO₃: 1500 ppm

Nb₂O₅:200ppm

*SiO₂の含有量とCaCO₃の含有量との重量比=0.07

[0045]

表4に示すように、第2副成分(Nb_2O_5 , ZrO_2 , Ta_2O_5 , In_2O_5 , Ga_2O_5)、第3副成分(SnO_2 , TiO_2)または第4副成分(GeO_2 , V_2O_5)を添加しても、480mT以上の飽和磁束密度および1200kW/m³以下のコア損失(Pcv)を兼備することができることがわかった。特に、第2副成分としての Nb_2O_5 , ZrO_2 , Ta_2O_5 を添加した場合には、500mT近傍の飽和磁束密度および900kW/m³以下のコア損失(Pcv)を兼備することができる。また、第4副成分としての V_2O_5 を添加した場合には、510m Tという非常に高い飽和磁束密度を得ることができる。

そして、第2副成分(Nb_2O_5 , ZrO_2 , Ta_2O_5 , In_2O_5 , Ga_2O_5)、第3副成分(SnO_2 , TiO_2)または第4副成分(GeO_2 , V_2O_5)を添加しても、ボトム温度を所望の範囲内に設定することができることがわかった。

ページ: 21/

[0046]

(第5実施例)

焼成温度を1300 Cとし、かつ第4 副成分(P換算でのPの化合物、MoO3, GeO_2 , Bi_2O_3 , Sb_2O_3 , V_2O_5)を添加した以外は第1実施例と同様の工程により、表5 に示す組成を有するフェライトコアを作製した。第1実施例と同様に特性等を測定した結果を表5 に併せて示す。なお、Pを除く第4 副成分は酸化物として、Pについてはリン酸カルシウムとして添加した。表5 中、PについてはP換算での添加量を示している。また、焼成温度を1300 Cとするが第4 副成分を添加していないフェライトコアの特性、第4 実施例で作製した V_2O_5 を添加した試料No.18(焼成温度を1350C)の特性も、比較の便宜のために表5 に併せて示す。なお、表5 中に示した試料の焼成時間はいずれも5 時間、焼成時の酸素分圧は0.5%である。

[0047]

【表5】

武率No.	第4副成分	通行派 (mad)	型 (%)	平均結晶粒径(//m)	Bs (mT)	Pcv	B.Temp.	iμ	焼成温度	綴
10	*					KW/m)	3		3	(%)
2	7	1	96.2	<u></u>	482	777	8	1418		
20	P換算 (Ca ₃ (PO ₄₎₂)	20	96.8	16	494	790	80	1027		
21	MoO ₃	200	97.4	4-	504	987	80	945		
22	GeO ₂	500	96.3	=	487	798	80	1065	1300	Ц
23	Bi,O ₃	500	96.7	17	405	104	3 8		3	3
5	2				262	2	8	1034		
47	Sb ₂ U ₃	0001	97.2	12	200	828	8	1195		_
25	V ₂ O ₅	200	96.5	15	492	923	8	1061		
18	V ₂ O ₅	200		1	510	1065	8	712	1350	-
							•			

Pcv :ボトム温度におけるコア損失(100kHz、200mT)

Bs:飽和磁束密度(100°C)

B.Temp.:ボトム温度

ni:初透磁率(25°C)

他成分:Fe₂O₃:64 mol% MnO:19 mol% ZnO:16 mol% LiO_{0.5}: 1 mol%

CaCO₃: 1500 ppm Nb₂O₅:200ppm

 $*SiO_2$ の含有量と $CaCO_3$ の含有量との重量比=0.07

SiO₂: 100 ppm

[0048]

試料No. 19と試料No. 20~25を比較すると、第4副成分を添加することによって、飽和磁束密度(Bs)が向上した。しかも、第4副成分を添加した試料No. 20~25はいずれも1100kW/m³以下のコア損失(Pcv)を得ている。よって、第4副成分の添加は、コア損失(Pcv)の上昇を抑えつつ、飽和磁束密度(Bs)を向上させる上で有効であるといえる。特に、MoO3を200ppm添加した試料No. 21、Sb2O3を1000ppm添加した試料No. 24については、1300℃という比較的低温な焼成温度においても、500mT近傍の高い飽和磁束密度(Bs)を示しつつ、1000kW/m³以下のコア損失(Pcv)を得ている。

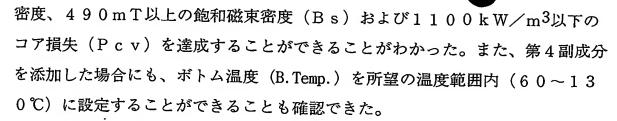
また、ボトム温度(B. Temp.)に着目すると、第4副成分を添加した場合も、ボトム温度を80 Cという所望の範囲内の温度に設定することができることがわかる。さらに、初透磁率(μ i)についても、本発明による実施例は、従来例と同等の値を得ていることがわかる。

[0049]

次に、試料No. 25と試料No. 18との比較を行う。両者は、焼成条件が異なる以外は同一の条件で作製されたものである。 1350 ℃で焼成された試料No. 18の方が、高い飽和磁束密度(Bs)を得ていることを鑑みると、焼成温度を高くすることは飽和磁束密度(Bs)を向上させる上では有利であるいえる。その一方で、焼成温度が高くなると、コア損失(Pcv)が大きく、また初透磁率(μ i)が低下する傾向があると伺えることから、低損失、高飽和磁束密度(Bs)および高い初透磁率(μ i)という特性を兼備したフェライト材料を得るためには、比較的低い温度で焼成された場合にも、高い飽和磁束密度(Bs)を示すことが重要である。

ここで、表5に示したように、第4副成分を添加した試料No. 20~25はいずれも1300℃という比較的低温な焼成温度においても、490mT以上という高い飽和磁束密度(Bs)を得ていることから、第4副成分はいずれも焼結助剤として有効に機能することがわかった。

以上の結果から、第4副成分は焼結助剤として有効であり、第4副成分を添加することによって、焼成温度が1300℃の場合であっても、95%以上の相対



[0050]

【発明の効果】

以上説明したように、本発明によれば、一般的なトランス等が使用される温度 帯域における飽和磁束密度が高く、かつ損失が低いフェライト材料を得ることが できる。

【図面の簡単な説明】

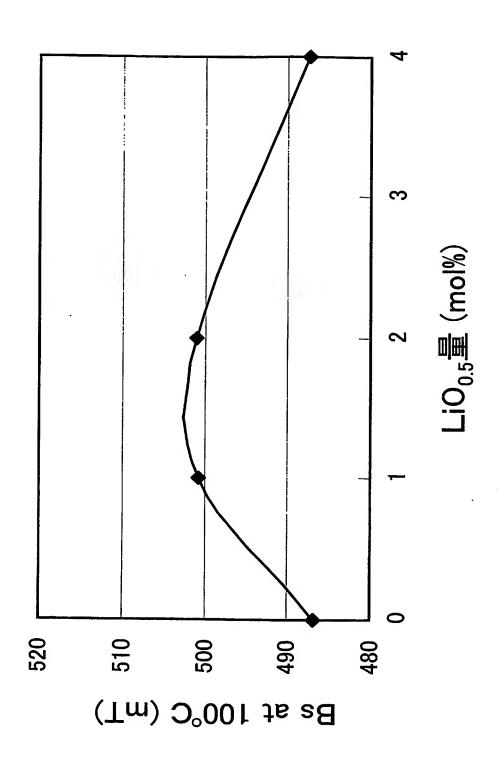
【図1】 Li量と100 $^{\circ}$ における飽和磁東密度との関係を示すグラフである。

1/E

【書類名】

図面

【図1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 100℃近傍の高温域における飽和磁束密度が高く、かつ損失が低いフェライト材料を提供する。

【解決手段】 Fe $_2O_3$: $62\sim68$ mo1%、ZnO: $12\sim20$ mo1%、LiO $_{0.5}$: 4 mo1%未満(但し、0を含まず)、残部実質的にMnOを主成分とする焼結体とする。この焼結体によれば、100 Cにおける飽和磁束密度が490 m T以上(測定磁界: 1194 A/m)、コア損失の最小値が1200 k W/m 3 以下(測定条件: 100 k H z、200 m T)、コア損失が最小値を示す温度であるボトム温度が $60\sim130$ Cという特性を得ることができる。

【選択図】 図1





出願人履歴情報

識別番号

[000003067]

1. 変更年月日 [変更理由] 住 所 氏 名 1990年 8月30日

新規登録

東京都中央区日本橋1丁目13番1号

ティーディーケイ株式会社

2. 変更年月日 [変更理由]

2003年 6月27日

名称変更

住 所 東京都中央区日本橋1丁目13番1号

氏 名 TDK株式会社